

# NONWOVEN FABRIC FILTER, ITS PRODUCTION AND NONWOVEN FILTER CARTRIDGE

Publication number: JP11128634 (A)

Publication date: 1999-05-18

Inventor(s): SUDO KAZUNORI; INDO TATATOMI

Applicant(s): NIPPON MILLIPORE KK; EC KAGAKU KK

Classification:

- International: B01D39/00; B01D39/16; B01D39/00; B01D39/16; (IPC1-7): B01D39/16; B01D39/00

- European:

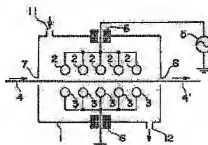
Application number: JP19970301877 19971104

Priority number(s): JP19970301877 19971104

## Abstract of JP 11128634 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress the formation of a low grade polymer, that is, an oligomeric material due to the decomposition of a filter material and a change in the structure of a nonwoven fabric by subjecting a hydrophobic nonwoven fabric to plasma treatment in an atmosphere of a rare gas-contg. gaseous mixture.

**SOLUTION:** A reactor 1 in an apparatus used for plasma treatment is provided with a gas introducing hole 11, a gas discharging hole 12, a hole 7 for carrying in a hydrophobic nonwoven fabric 4 and a hole 8 for carrying out the treated nonwoven fabric 4' and several pairs of electrode tubes 2, 3 are parallel arranged in the reactor 1. The electrode tubes 2 are connected to the output of an AC power source 5, the electrode tubes 3 are grounded and the tubes 2, 3 are insulated from the reactor 1 by insulators 6. At the time of plasma treatment, AC power is supplied from the AC power source 5 while introducing a rare gas-contg. gaseous mixture for plasma excitation from the gas introducing hole 11 and discharging it from the gas discharging hole 12, and a hydrophobic nonwoven fabric 4 carried in the reactor 1 is made hydrophilic by plasma treatment, in an atmosphere of the gaseous mixture. A change in flow rate in the resultant filter or in the particle removing performance of the filter and degeneration are suppressed.



Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(Translation)

Citation 1: JP11-128634A

Title: Nonwoven Filter, Method of Manufacturing Nonwoven Filter,  
and Nonwoven Filter Cartridge

Applicant: Nippon Millipore Kabushiki Kaisha, et al., Japan

Abstract:

Problem to be Solved:

To provide a method of manufacturing a hydrophobic nonwoven filter to which an excellent hydrophobicity can be relatively easily imparted, while eliminating a problem such as contamination of a hydrophilic nonwoven upon treatment.

Solution:

A hydrophobic nonwoven filter is manufactured by subjecting a hydrophilic nonwoven to a plasma treatment in an atmosphere of a mixed gas containing a rare gas.

Claims:

1. A hydrophobic nonwoven filter manufactured by subjecting a hydrophilic nonwoven to a plasma treatment in an atmosphere of a mixed gas containing a rare gas.
2. The hydrophobic nonwoven filter according to Claim 1, wherein the hydrophilic nonwoven is a nonwoven manufactured by any resin selected from the group consisting of: a polyester resin, a polyolefin resin, a halogen substituted polyolefin resin, and a resin containing fluorine atoms.

[0033]

In addition to a rare gas, the mixed gas containing a rare gas may preferably further contain at least one kind of gas selected from the group consisting of: hydrogen, nitrogen, oxide, ammonia, carbon monoxide, carbon dioxide, sulfur dioxide, and ketone. The rare gas may preferably be argon and helium. When oxygen and nitrogen are used as a component other than the rare gas, a part thereof may be replaced with air. Ketone is used so as not to be condensed into liquid under predetermined temperature and pressure conditions. Acetone and methyletherketone are preferable. It is possible to contain formaldehyde as a component other than the rare gas. In this case, the mixed gas should be completely dried.

[0035]

In the hydrophobing treatment, the mixed gas may be sealed in a plasma treatment apparatus. However, when a large amount of nonwoven filter is treated or continuously supplied, it is preferable that, with a view to achieving a constant treatment, the mixed gas is continuously supplied in order that the composition of the mixed gas is not changed. A pressure of the mixed gas containing a rare gas may be pressures described as atmospheric plasma reactions in, e.g., JP1-306569A, JP2-151171A, JP3-241739A. Alternatively, the pressure may be a pressure where a mixed gas is present containing a rare gas, the pressure being more temperate as compared with a conventional vacuum plasma treatment. Preferably, the pressure is between 0.066 and 0.133 MPa. When a pressure around an atmospheric air is used, the apparatus can have a simpler structure, whereby the apparatus can be more easily managed.

Fig. 1 is a schematic view of a structural example of a treatment apparatus used in a plasma treatment of a filter used in a hydrophobic filter cartridge of the present invention.

Fig. 2 is a schematic view of an assembling step in one embodiment of the hydrophobic filter cartridge of the present invention.

- 1 reaction container
- 2 electrode tube
- 3 electrode tube
- 4 hydrophilic nonwoven
- 4' hydrophobed nonwoven
- 4 alternating power
- 6 insulation member
- 7 inlet port
- 8 outlet port
- 11 gas inlet
- 12 gas outlet
- 21 open-type end plate
- 22 porous inner cylinder
- 23 cylindrical pleat filtering member
- 24 porous outer cylinder
- 25 close-type end plate

(18) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-128634

(43) 公開日 平成11年(1999)5月18日

(51) Int.Cl.<sup>4</sup>B 0 1 D 39/16  
39/00

識別記号

F I

B 0 1 D 39/16  
39/00A  
B

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平9-301877

(22) 出願日 平成9年(1997)11月4日

(71) 出願人 390041450

日本ミリポア株式会社  
東京都港区三田1丁目4番28号

(71) 出願人 000101880

イーシー化学株式会社  
大阪府枚方市春日西町2丁目28番3号

(72) 発明者 須藤 和徳

神奈川県川崎市高津区二子208

(72) 発明者 印藤 忠臣

大阪府枚方市春日西町2丁目28番3号

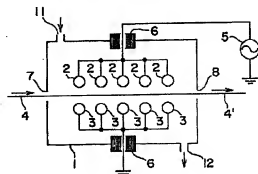
(74) 代理人 弁理士 村瀬 一美

(54) 【発明の名称】 不織布フィルタおよびその製造方法並びに不織布フィルタカートリッジ

(57) 【要約】

【課題】 比較的に容易な操作で良好な親水性を付与し、かつ処理に際しての疎水性不織布の汚染等の問題のない親水性不織布フィルタの製造方法を提供する。

【解決手段】 疎水性不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下にプラズマ処理してなる親水性不織布フィルタの製造方法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 疎水性不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下にプラズマ処理してなる親水性不織布フィルタ。

【請求項2】 疎水性不織布がポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂から製造された不織布である請求項1に記載の親水性不織布フィルタ。

【請求項3】 希ガスを含む混合ガスが希ガスと、水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄およびケトンからなる群から選ばれてなる少なくとも1種のガスとを含むものである請求項1または2に記載の親水性不織布フィルタ。

【請求項4】 希ガスを含む混合ガス雰囲気が0.06〜0.133MPaである請求項1〜3のいずれかに記載の親水性不織布フィルタ。

【請求項5】 プラズマ処理が周波数50Hz〜20kHzでかつ電力1〜20kWの条件下に行われるものである請求項1〜4のいずれかに記載の親水性不織布フィルタ。

【請求項6】 疎水性不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下にプラズマ処理することを特徴とする親水性不織布フィルタの製造方法。

【請求項7】 疎水性不織布がポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂から製造された不織布である請求項6に記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【請求項8】 希ガスを含む混合ガスが希ガスと、水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄およびケトンからなる群から選ばれてなる少なくとも1種のガスとを含むものである請求項6または7に記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【請求項9】 希ガスを含む混合ガス雰囲気が0.06〜0.133MPaである請求項6〜8のいずれかに記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【請求項10】 プラズマ処理が周波数50Hz〜20kHzでかつ電力1〜20kWの条件下に行われるものである請求項6〜9のいずれかに記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【請求項11】 請求項1〜5のいずれかに記載の親水性不織布フィルタを濾材として使用したことを特徴とする親水性フィルタカートリッジ。

【請求項12】 カートリッジを構成する開放型端板、閉鎖型端板、多孔外部円筒、多孔内部円筒、フィルタ支持体がポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂からなるものである請求項11に記載の親水性フィルタカートリッジ。

【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は固体を含有する水溶液から固体を除去する濾過に適用される前記フィルタや精密フィルタといった疎水性不織布を素材とした親水性不織布フィルタおよびその製造方法並びに前記親水性不織布フィルタを濾材とする不織布フィルタカートリッジに関する。

## 【0002】

【従来の技術】これまで種々の合成樹脂を原料とした不織布が開発されており、またこの不織布を組み込みカートリッジ化してなるフィルタカートリッジが製造されているが、ポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンもしくはフッ素原子含有樹脂からなる不織布は疎水性であるため、固体を含む各種水溶液から固体を濾過分離するに当たり、このような疎水性不織布をそのまま濾材として使用することが困難であった。即ち、濾材を何らかの方法により「濡らす」必要があった。

【0003】すなわち、不織布フィルタカートリッジを設置する各種溶液の供給ラインには通常加圧ポンプが付いており、濾材の変形を伴うような過大な加圧やそのための加圧エネルギー供給が行われてきた（以下加圧法と称する。）。

【0004】また、濾材の変形を伴うような過大な加圧やそのための加圧エネルギー供給は避けるべきとの観点から、従来、これら疎水性フィルタを物理的なしは化学的に事前処理して濾過操作を容易なものとすることも行われている。

【0005】このような処理方法の1つとしては、水と混和可能な表面張力の小さな有機溶剤、例えば各種の低級アルコールで不織布製フィルタを予め湿潤させ、続いて水を供給して先の湿潤に用いた表面張力の小さな有機溶剤を水で置換する方法が知られており、広く採用されている（以下、有機溶剤—水置換法と称する。）。

また、疎水性フィルタの表面に親水性重合体を直接または溶液としてコーティングする方法や親水性基を有する単量体を疎水性フィルタの表面上で重合被覆する方法（以下、親水性樹脂コーティング法と称する。）、および疎水性フィルタの表面を化学的あるいは物理的に処理して反応性基ないし活性な官能基を形成し、さらに親水性を有する化学物質、例えば単量体、オリゴマー等をグラフト重合ないしグラフト化する方法（以下、グラフト化法と称する。）も知られており、さらに、疎水性フィルタを真空中電界中で放電することによりプラズマ処理する方法（以下、プラズマ処理法と称する。）も検討され適用されはじめている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの従来技術に種々の欠点があることは否めない。すなわち、加圧法によると、加圧操作が不十分であるとフィル

タに濡れていない部分が生じるため、製品間のフィルタカートリッジの流量に差異が生じ製品の信頼性に欠けるという問題が生じ、一方加圧が速度であると前記したように濾材の変形が生じ濾過性能が損なわれる虞れがあった。有機溶媒-水置換法においては濾過操作そのものには直接関係のない水と混和可能な表面張力の小さな有機溶媒を使用するため、濾液や濾渣をこれらの有機溶媒から汚染されることを避けるために濾過操作に先立ち水や汚染をもたらさない水溶液で有機溶剤を洗浄し除去する操作が不可欠となり煩雑である。さらに有機溶剤はもとより多量の水や水溶液を必要とするためにこれらの設備・設備や廃棄物の設備、関連する供給のための計器類が不可欠となり好ましい技術とはいえない。

【0007】それ上、これらの煩雑さを厭わずにこの有機溶媒-水置換法を採用しても、一旦濾過操作を終えた後にフィルタを乾燥させてしまうとフィルタは元の疎水性という性質を取り戻し、濾過を繰り返すためには再度上記多くの欠点を有する前処理技術を再び適用しなければならず、極めて煩わしいといわざるを得ない。

【0008】これに対し、親水性樹脂コーティング法は、有機溶媒-水置換法の欠点を大幅に改善しており、前記有機溶剤が不要であり、事前処理を必要とすることなく直ちに濾過操作に取り掛かることのできるフィルタを提供するが、やはり欠点の存在は否めない。即ち、親水性樹脂のコーティングは物理的であり剥離の虞れが避けられず、結果として濾液や濾渣の汚染を生じかねない。さらに重合反応を利用するために種々の重合度を有する重合体が被膜を形成することとなるが中に低重合度の重合体の存在が微少であるが回避し難く、これらが次第に溶解するため、極度に汚染を嫌う半導体分野や医療用各種溶剤の濾過には適用しがたい事態が起こり得る欠点がある。また、被覆のための処理が処理されるフィルタの濾過性能を変化させるし、被覆操作そのものが煩雑であることも好ましいとはいえない。

【0009】またグラフト化法は、被覆が化学的結合によるものであるため有機樹脂コーティング法と比較して安定した被覆となるが、中にグラフトしない重合体の存在がそれら低重合体の存在が前記有機樹脂コーティング法におけると同様の欠点を生じる。また、グラフト化処理操作そのものが非常に煩雑である。

【0010】さらにプラズマ処理法は、フィルタ表面の処理操作が液体不在の減圧下になされるために、有機溶媒-水置換法におけるような付着液体の除去が不要であり、また、有機樹脂コーティング法、グラフト化法におけるように単量体、重合体を使用しないため、処理後の単量体もしくは低重合体による汚染もないが、フィルタそのものが強いエネルギー（例えば、1.3、5.6 MHzの高周波電源を使用する）供給下に一部分解し、低重合体すなわちオリゴマー状物質の生成が避けられず最終的には濾液や濾渣の汚染をもたらすこととなる。また、同時

に強いエネルギーにより不織布の構造が変化し、その結果、フィルターの流量や、除粒子性能、強度低下、変質などの物理的あるいは化学的特性が変化する欠点の存在も否めない。

【0011】以上詳述したように、現在でもなお、各種の従来技術に由来する欠点を持ち合わせていない親水性不織布フィルタおよびその製造方法が望まれている。

【0012】従って本発明は、これらの従来技術における問題点を解決してなる親水性不織布フィルタおよびその製造方法並びに親水性不織布フィルタを濾材として用いてなる不織布フィルタカートリッジを提供することを課題とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】これまでの従来技術における問題点を有せず比較的容易にポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィン、フッ素原子含有樹脂などといった疎水性不織布を原材料とし親水性不織布フィルタを製造する方法を創意検討し、従来のプラズマ処理技術を改良することにより上記課題を解決するに至った。

【0014】すなわち、上記課題を解決する本発明は、以下の(1)～(12)である。

【0015】(1) 疎水性不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下でプラズマ処理してなる親水性不織布フィルタ。

【0016】(2) 疎水性不織布がポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂から製造された不織布である上記(1)に記載の親水性不織布フィルタ。

【0017】(3) 希ガスを含む混合ガスが希ガスと、水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄およびケトンからなる群から選ばれた少なくとも1種のガスとを含むものである上記(1)または(2)に記載の親水性不織布フィルタ。

【0018】(4) 希ガスを含む混合ガス雰囲気圧が0.066～0.133 MPaである上記(1)～(3)のいずれかに記載の親水性不織布フィルタ。

【0019】(5) プラズマ処理が周波数50 Hz～20 kHzでかつ電力1～20 kWの条件下に行われるものである上記(1)～(4)のいずれかに記載の親水性不織布フィルタ。

【0020】(6) 疎水性不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下でプラズマ処理することと特徴とする親水性不織布フィルタの製造方法。

【0021】(7) 疎水性不織布がポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂から製造された不織布である上記(6)に記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【0022】(8)希ガスを含む混合ガスが希ガスと、水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄およびケトンからなる群から選ばれてなる少なくとも1種のガスとを含むものである上記(6)または(7)に記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【0023】(8)希ガスを含む混合ガス雰囲気が0.086~0.133MPaである上記(6)~(8)のいずれかに記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【0024】(10)プラズマ処理が周波数50Hz~20kHzでかつ電力1~20kWの条件下に行われるものである上記(6)~(9)のいずれかに記載の親水性不織布フィルタの製造方法。

【0025】(11)上記(1)~(5)のいずれかに記載の親水性不織布フィルタを基材として使用したことを特徴とする親水性フィルタカートリッジ。

【0026】(12)カートリッジを構成する開放型端板、閉鎖型端板、多孔外部円筒、多孔内部円筒、フィルタ支持体がポリエチレン、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群から選ばれたいずれかの樹脂からなるものである上記(11)に記載の親水性フィルタカートリッジ。

【0027】

【作用】このように本発明においては、疎水性不織布をプラズマ処理して不織布表面に孔内面を親水化処理するにおいて、プラズマ処理雰囲気希ガスを含む混合ガスとすることで、プラズマによる表面活性化反応をより温和なものとし、フィルタ素材の分解による低重合体すなわちオリゴマー状物質の生成や、不織布の構造の変化を抑制するものである。このため、本発明に係る親水性不織布フィルタは、オリゴマー状物質による液漬や液漬の汚染の問題がなく、また素材として用いられる疎水性不織布フィルタに設計上付与された、フィルタの流量や、除粒性能、強度低下、変質などの物理的あるいは化学的特性の変化が小さいものである。

【0028】なお、本発明に係るプラズマ処理による疎水性不織布フィルタの親水化は、従来のプラズマ処理によるものと同様に、フィルタ表面に孔内面、例えば、酸素、窒素、水素などを含む親水性官能基が生成することが主たる要因であると考えられる。

【0029】また、例えば、ポリエチレン等の材質からなる疎水性不織布においては、ヘリウムのような希ガスのみの雰囲気中でプラズマ処理を行っても不織布表面および孔内面に酸素を含む官能基が生成し親水化がなされるが、疎水性不織布の材質によってはこのような希ガスのみの雰囲気中では充分な親水性が付与されない虞れがある。本発明に係るプラズマ処理は完全に希ガスのみからなる雰囲気で行われるわけではなく、希ガスを一部に含む混合ガス、好ましくは、希ガスと、水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄

およびケトンなどといった親水性官能基を生起させやすいガスとの混合ガスを処理雰囲気とするものであるため、適度な親水性付与が可能となるものである。

【0030】

【発明の実施の形態】以下本発明を実施形態に基づき詳細に説明する。

【0031】本発明において原材料として用いられる疎水性不織布フィルタとしては、ポリエチレン、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂などの合成樹脂から製造された不織布が例示でき、さらに前三者についてより具体的に記載すると、長繊維短繊維として製造されたポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリヘキサフルオロエチレンなどの熱可塑性樹脂単体またはこれらの混合体からなる疎水性不織布があり、またフッ素原子含有樹脂とはフッ素原子を含む熱可塑性樹脂であり、先に例示されたフッ素原子含有樹脂に加えて、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルニルエーテル共重合体またはこれを含有する混合体等を意味するものである。

【0032】なかでも、フィルタとして適用するため、不織布の平均繊維径が1~30μm、目付(JIS L1085による。)が1~300g/m<sup>2</sup>、肉厚が10~300μmの範囲にあるメルトブローン法、スパンボンド法、ニードルパンチ法、水流パンチ法のいずれかの方法により製造された不織布であることが望ましい。

【0033】希ガスを含む混合ガスとしては、希ガスを含むことはもとより、さらに水素、窒素、酸素、アンモニア、一酸化炭素、二酸化炭素、二酸化硫黄およびケトンからなる群から選ばれてなる少なくとも1種のガスとを含むものであることが望ましい。希ガスとしては、アルゴンやヘリウムが好ましい。また希ガス以外の成分として酸素と窒素を用いる場合には一部空気で代替してもよい。ケトンは処理条件である温度、圧力下に液体として凝縮しない組成範囲で使用し、アセトンやメチルエチルケトンが好ましい。また希ガス以外の成分としてホルムアルデヒドを含有させることも可能であるが、この場合は混合ガスは完全に乾燥させることが必要である。

【0034】また一般的観点からは親水化の程度を高めるためには混合ガス組成は相対的に希ガス成分割合を少なくすることが好ましいが、極端に希ガス成分を少なくすると材料の不織布の損傷も起こりやすくなる。従って、不織布素材の種類に応じ、不織布素材の目的とする親水化の程度を踏まえた上で、後述する他のプラズマ処理条件と共に混合ガス組成を適定することが好ましい。

【0035】親水化処理において混合ガスはプラズマ処理装置内に封じ込めても良いが処理対象の不織布フィルタが大量であったり連続的に供給される場合には一定の



処理をなすために混合ガスの組成変化が起こらないように連続的に供給することが好ましい。ここで、希ガスを含む混合ガスの圧力について言及すると、例えば特開平1-306569号公報、特開平2-15171号公報、特開平3-241739号公報に大気圧プラズマ反応として記載された圧力を含み、更に従来の真空プラズマ処理に比較してより温和な条件である希ガスを含む混合ガス存在の圧力であり、0.066~0.133MPaがプラズマ処理上で好適である。大気圧近傍の圧力を採用した場合は装置も簡単に構成され装置管理上も一層好適である。

【0036】本発明に係るプラズマ処理は、パッチ式および連続式のいずれも採用し得るが、以下においては工業上有意な連続式プラズマ処理を例に取り本発明を説明する。希ガスを含む混合ガス雰囲気を持するためプラズマ処理装置はほぼ密閉構造の反応容器とされ、前記希ガスを含む混合ガスの導入口と排出口、圧力計が備えられているが、必要に応じ温度計などのその他の計器を設置しても良い。これらの混合ガスの導入口と排出口は常時反応器内のガスが循環し得るように、換言するなら反応容器内に死空間部位が生じないように設置することが好適である。また、前記導入口の上流には前記希ガスを含む混合ガスの流量および組成制御システムが付属し、排出口はガス処理装置を介して大気へと流通している。更に反応容器には原料である疎水性不織布の搬入口とプラズマ処理後の親水性不織布フィルタの搬出口が備えられており、いずれもスリット状を形成し反応容器内外のガス交換を極力抑制する構造を採用することが望ましく、また通常不織布は水平ないしは垂直に移動するように構成されているが傾斜して移動させても良い。上記不織布の処理速度、即ち移動速度は通常0.01~10m/分程度であることが望まれ、あまりに遅いと生産性が低下するので、これらの移動速度を確保するために、後述するような電極間の対数を高めようとしても反応容器が、徒に増やして処理速度を高めようとしても反応容器内の装置周辺ガス巻き込みに基づく混合ガス雰囲気の流れが滞りなくなり自ずと限界が生じる。

【0037】反応容器内は大気圧以下にする場合、特に希ガスを含む混合ガス雰囲気を厳密に保持するためには、原料の疎水性不織布の供給設備と製品である親水性不織布フィルタの回収設備は反応系内に収納することが望ましい。当然ながら反応器内には前記不織布の表裏と等間隔の位置に電極管が対となっており、不織布の移動方向にはほぼ等間隔に数対ないし数十対が必要だけ、配列されるが、特に処理速度を増大するためにはできるだけ多く配列することが望まれる。これらの対を形成する電極の内、不織布に対して表裏のいずれか一方の電極はプラズマ発生用交流電源に接続され、他方の電極管は接地されている。電極管は長時間定期的なプラズマを発生することが望ましく、誘電体被覆電極管が好適である。

【0038】なお、これら電極管の導線は反応容器と絶縁されている必要がある。

【0039】処理する疎水性不織布が通過する電極管間隙は不織布の厚みに応じて調整可能であることが望ましく、1~30mm、場合によっては2~10mmの範囲で制御し得ることが好ましい。電極管対数は先にも記載したとおり多いほどプラズマ処理速度を向上せしめるが設備の設置面積、使用電力、混合ガス雰囲気等の保持などから考えて通常10対以上100対未満程度が好ましい。これらの電極管同士の間隙も自在に調整し得ることが望ましく、1~50mm、場合によっては2~10mmの範囲で制御し得ることが好ましい。

【0040】プラズマ発生用交流電源の周波数は、50Hz~20kHzの範囲で制御し得ることが好ましいが、1~10kHzの範囲で制御し得ても良い。この結果、電力は1~20kWとなる。

【0041】本発明に係るプラズマ処理に用いる装置構成例を図1に示す。反応容器1には、ガス導入口11およびガス排出口12がほぼ対角の位置に設けられ、処理すべき疎水性不織布4の搬入口7と処理され親水性となった不織布4'の搬出口8がほぼ水平の位置に設けられ、さらに誘電体を被覆した電極管2および3が対面（図中5対）が不織布の表裏から所定の間隔を隔てて対面するように並列に設置されている。このうち、対面す電極管の一方2は交流電源5の出力に接続され、電極管の他方3は接地されており、絶縁物6により反応容器とは絶縁されている。

【0042】本発明によるプラズマ処理に際しては、希ガスを含むプラズマ励起用混合ガスをガス導入口11から導きガス排出口12から排出しつつ、交流電源5により交流電力の供給を開始する。これに伴い、電極管対2および3の間にプラズマが最長し、連続的に搬入される不織布4が処理され搬出される。

【0043】本発明においては、親水性である点を除いて濾過性能が設計通りに付与された不織布を希ガスを含む混合ガス雰囲気下において、プラズマ処理することにより物理化学的と推定される親水性処理がなされ、当所の構造上の濾過性能を保持した親水性不織布フィルタとなり濾過に供するに当たっては何等のフィルタの前処理を必要とすることなく使用可能な親水性フィルタを得ることができる。

【0044】また、本発明に係るプラズマ処理不織布フィルタを、1、1-ジクロロ-1-フルオロエタンに浸漬し、フィルタ回収後、1、1-ジクロロ-1-フルオロエタンを加温減圧除去した後の残留物、即ち不揮発性残渣量は処理前後で変化なく新たに抽出される物質の生成が無いことが判った。

【0045】本発明の親水性フィルタカートリッジは、上記したようなプラズマ処理不織布フィルタを濾材として組み込んでなるものであれば良く、濾材をブリーフ状

に纏り込んで円筒状とし上下に端板を付けてユニット化した構造のもの、あるいは適当なスプレー、流路形成盤などともに平板状の濾材を積層した構造のもの等各種の態様を取る事ができる。

【0046】なお、本発明の親水性フィルタカートリッジにおいて、濾材以外の流体と接触する部材、例えば、開放型端板、閉鎖型端板、多孔外部円筒、多孔内部円筒、フィルタ支持体等は、濾材の素材となる疎水性不織布と同様に、ポリエステル、ポリオレフィン、ハロゲン置換ポリオレフィンおよびフッ素原子含有樹脂からなる群からいずれかの樹脂からなることが望ましい。

【0047】図2は本発明の親水性フィルタカートリッジの一実施形態における組立工程を模式的に示す図面である。

【0048】図2に示すフィルタカートリッジの組立工程においては、まず、上記したようなプラズマ処理を行った不織布フィルタ4'を両面から支持体(図示せず)、例えばポリプロピレン製不織布で挟んで積層体を形成しながら、山の高さ(山-谷間の寸法)が5〜20mm程度、例えば10.5mmのブリーツに折り、使用不織布ごとに決まった山数ごとに切断した。このブリーツの両側端部を重ねさせて加熱融着するいは、超音波融着して円筒状にした。こうして得た円筒状ブリーツ濾材23の上下両端をカートリッジ規定長さになるように裁断した。次に片側にフィルタカートリッジの最終形状を有する端板(閉鎖型端板25、開放型端板21の2種)の濾材側の面を、加熱、例えば、ポリプロピレン製のものでは約180℃の温度で約30秒間加熱して端板を部分的に溶融し、前記円筒状ブリーツ濾材23の外側に多孔外部円筒(保護スリーブ24)および内側に多孔内部円筒(保護スリーブ22)をセットした後、上記の部分溶融した端板内に空気シリンダで加圧挿入し、10秒間加圧した後、室温まで放冷した。この工程を片側で閉鎖型端板25、反対側で開放型端板21に対して行いフィルタカートリッジを作製した。

【0049】なお、本発明の親水性フィルタカートリッジにおいて、被処理液流路と濾液との流路を区画する濾材と他の部材との液密な接合方法としては、上記したような部材の部分融着による方法に何ら限定されるものではなく、接着剤法その他公知の各種の態様を用いることができ、さらに、濾材の支持ないし形状保持、あるいはその他の機能に関しても同様に上記に例示した方法に限定されることなく、各種の態様を用いることができる。

【0050】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づきより具体的に説明する。

【0051】なお、本発明に係るプラズマ処理効果は以下に定義した親水化率で評価した。

【0052】ここに親水化率とは、プラズマ処理前および処理後における一定フィルタ断面積を一定温度のもと

に一定差圧下で一定量の水を通過した際に要する時間をそれぞれ $t_1$ 、 $t_2$ とした際の比率 $t_1/t_2$ の100倍を%表示することと定義した。但し、プラズマ処理前のフィルタに関する上記 $t_1$ 測定にあたってイソプロピルアルコールを用いた前処理(有機溶媒(アルコール)ー水置換法)を行うことを前提としている。当然ながら親水化率測定の際の各種パラメータ設定により、換言するならば親水化率測定条件により $t_1$ 、 $t_2$ は変わるもの、通常直径4.7mmのフィルタに関し、温度20℃、差圧49.0kPa、通水量500mlの測定条件が好適であり、以下には親水化率測定の標準条件と表現する。

【0053】また本発明に係るフィルタカートリッジの性能は以下に述べる凝集核測定試験、および水流量測定試験で評価した。

【0054】凝集核測定試験は、サンプルカートリッジにエアゾルが分散した窒素ガスを流し、サンプルカートリッジの前で粒子数から気密性を調べた。

【0055】(実施例1)図1に示すような構成の処理装置において、各電極管対2及び3の間隙を20mm、電極管対2-3同士の間隙を5mmとして80対を配列し、反応容器1内部雰囲気、アルゴンガス7.3、6kPa、ヘリウムガス3.1、6kPa、二酸化炭素3.1、6kPa、および窒素3.1、6kPaからなる混合ガスを置換し、交流電源5を周波数5kHz、電力4.5kWの条件で通電し、プラズマを発生させた。この間目付80g/m<sup>2</sup>、厚さ200μm、巾270mm、長さ200mm、透気度(JIS P8117による。)18秒、繊維径0.3〜1.0μmのメルトブローン法により製造されたポリプロピレンからなる不織布4を速度1m/分で連続的に、前記装置に供給しプラズマ処理を行った。親水化率は直径4.7mmのフィルタ、温度20℃、差圧38.2kPa、通水量500mlの測定条件で53%であった。また加圧操作による通水開始時の差圧はプラズマ処理前後で53.0kPaから9.81kPaとなり明らかに未処理品と比較して親水性が改善された。

【0056】なお、本プラズマ処理後の不織布フィルタについて、アルコールで前処理した後、上記条件下で通水して親水化率を求めたところほぼ100%であった。即ち、本発明によるプラズマ処理後において物理的あるいは構造的には何ら変化のないことがわかった。

【0057】(実施例2)図1に示すような構成の処理装置において、各電極管対2及び3の間隙を20mm、電極管対2-3同士の間隙を5mmとして80対を配列し、反応容器1内部雰囲気、アルゴンガス5.5、2kPa、ヘリウムガス5.5、2kPa、および二酸化炭素1.1、6kPaからなる混合ガスで置換し、交流電源5を周波数9kHz、電力5kWの条件で通電し、プラズマを発生させた。この間目付50g/m<sup>2</sup>、厚さ100μm、巾1000mm、長さ100mm、透気度4.2

秒、繊維径0.6~9 $\mu$ mのポリプロピレン製不織布4を速度2m/分で連続的に、前記装置に供給しプラズマ処理を行った。親水化率は直径4.7mmのフィルタ、温度20℃、差圧39.2kPa、通水量500mlの測定条件で47%であった。また加圧操作による通水開始時の差圧はプラズマ処理前後で21.6kPaから7.85kPaとなり明らかに未処理品と比較して親水性が改善された。

【0058】(実施例3)図1に示すような構成の処理装置において、各電極管対2及び3の間隔を20mm、電極管対2-3同士の間隔を5mmとして80対を配列し、反応容器1内部雰囲気系を、アルゴンガス52.6kPa、ヘリウムガス52.6kPa、二酸化炭素3.16kPa、および窒素3.16kPaからなる混合ガスで置換し、交流電源5を周波数5kHz、電力4.5kWの条件で通電し、プラズマを発生させた。この間目付80g/m<sup>2</sup>、厚さ150 $\mu$ m、巾270mm、長さ240mm、透気度25秒、繊維径1~5 $\mu$ mのポリエチレン製不織布4を速度1m/分で連続的に、前記装置に供給しプラズマ処理を行った。親水化率は直径4.7mmのフィルタ、温度20℃、差圧49.0kPa、通水量500mlの測定条件(標準条件)で49%であった。また加圧操作による通水開始時の差圧はプラズマ処理前後で63.8kPaから20.6kPaとなり明らかに未処理品と比較して親水性が改善された。

【0059】

【表1】

	プラズマ処理条件					親水化率測定条件					親水化率 [%]	
	構成ガス分圧 [Pa]		処理速度	周波数	電力	フィルタ面積	温度	通水量	差圧			
	CO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	Ar	He	[m/min]	[Hz]	[kW]	[mm <sup>2</sup> ]	[°C]	[ml]	[kPa]	
実施例 1	3.16	3.16	73.6	31.6	1	5	4.5	1735	20	500	39.2	53
実施例 2	1.10	0.00	55.2	55.2	2	9	5	1735	20	500	39.2	47
実施例 3	3.16	3.16	52.6	52.7	1	5	4.5	1735	20	500	49.0	49

通水量とはフィルタを通過した、即ち測定された水の量である。  
差圧とはフィルタの上側面、下側面の圧力差である。

【0060】(実施例4)実施例1で得られたプラズマ処理不織布フィルタを、山数150、長さ245mmに裁断して、上記の図2に関して説明したようにしてフィルターカートリッジとした。

【0061】得られたフィルターカートリッジの凝集核測定試験(気密性試験)でエアロゾルの保持率は100%であり、水流量測定試験においてポンプ加圧操作での流量は未処理品では53.0kPaの差圧で12リットル/分であったが、実施例品では19.8kPaで35リットル/分と改善された。

【0062】(実施例5)実施例2で得られたプラズマ処理不織布フィルタを、山数175、長さ245mmに裁断して、上記の図2に関して説明したようにしてフィルターカートリッジとした。

13

【0063】得られたフィルターカートリッジの凝集核測定試験（気密性試験）でエアロゾルの保持率は100%であり、水流量測定試験においてポンプ加圧操作での流量は未処理品では30.4 kPaの差圧で20リットル/分であったが、実施例品では19.6 kPaで19リットル/分と改善された。

【0064】（実施例6）実施例3で得られたプラズマ処理不織布フィルタを、山数165、長さ245mmに裁断して、上記の図2に関して説明したようにしてフィ\*

ルターカートリッジとした。

【0065】得られたフィルターカートリッジの凝集核測定試験（気密性試験）でエアロゾルの保持率は100%であり、水流量測定試験においてポンプ加圧操作での流量は未処理品では60.3 kPaの差圧で13リットル/分であったが、実施例品では19.6 kPaで17リットル/分と改善された。

【0066】

【表2】

	プラズマ処理条件	構成ガス分圧 [kPa]				周波数 [kHz]	電力 [W]	凝集核測定試験		水流量測定試験	
		CO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	Ar	He			保持率 [%]	差圧 [kPa]	流量 [L/min]	流量
実施例4	未処理品	31.6	31.6	72.6	31.6	6	4.5	100	53.0	12	
	プラズマ処理品	31.6	31.6	72.6	31.6	6	4.5	100	30.4	10	
実施例5	未処理品	11.0	0.00	55.2	33.2	9	5	100	39.4	20	
	プラズマ処理品	11.0	0.00	55.2	33.2	9	5	100	19.6	19	
実施例6	未処理品	31.6	31.6	52.6	52.6	6	4.5	100	60.3	13	
	プラズマ処理品	31.6	31.6	52.6	52.6	6	4.5	100	19.6	17	
									29.4	40	

差圧とはフィルタの上流側、下流側の圧力差である。

【0067】

【発明の効果】以上述べたように本発明によれば、有機溶媒-水置換法などのような使用に際しての煩雑な前処理を必要とせず、またコーティング法やグラフト化法のような重合操作が不要でありその結果、被膜の剥離はもとよりモノマーやオリゴマーに代表される低重合体の溶

出の虞れが無く、また、従来のプラズマ処理法の欠点である不織布の損傷の虞れも小さく、処理前の不織布の濾過性能が維持され、かつ親水化処理剤等による汚染も回避できる簡単なかつ好適な親水化技術を提供できるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の親水性フィルタカートリッジに用いられる濾材のプラズマ処理において用いられる処理装置の構造例を示す模式図。

【図2】 本発明の親水性フィルタカートリッジの一実施形態における組立工程における模式図。

【符号の説明】

1 反応容器

2 電極管

3 電極管

4 疎水性不織布

4' 親水化された不織布

\* 5 交流電源

6 絶縁物

7 接入口

8 接出口

11 ガス導入口

12 ガス排出口

21 開放型端板

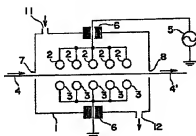
22 多孔内部円筒

23 円筒状ブリーフ濾材

10 24 多孔外部円筒

\* 25 閉鎖型端板

【図1】



【図2】

